

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-118127

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)6月5日

B 01 F 15/02

6639-4G

B 01 J 15/04

6639-4G

B 01 J 4/00

1 0 3

6453-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 半導体用化学薬品の調合装置

⑯ 特 願 昭59-239644

⑰ 出 願 昭59(1984)11月13日

⑱ 発 明 者 和 田 篤 機 宇治市小倉町西浦82番15  
⑱ 発 明 者 沼 田 精 一 和歌山市太田町565番-8  
⑱ 発 明 者 高 田 仁 夫 堺市深井中町323  
⑲ 出 願 人 倉敷紡績株式会社 倉敷市本町7番1号  
⑳ 代 理 人 弁理士 青 山 葆 外2名

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

半導体用化学薬品の調合装置

##### 2. 特許請求の範囲

(1) 半導体用化学薬品を調合するための複数の原液を貯留する複数の貯留容器と、貯留容器の原液を混合する密閉式の混合容器と、貯留容器の原液を混合容器に供給する供給手段と、混合容器に供給される原液の供給量を計量する計量手段と、混合容器内の液を吸引する吸引手段と液中の異物を除去するフィルタ手段とを含み、上記吸引手段及びフィルタ手段を介して混合容器内の液を循環させる循環路とを備えたことを特徴とする半導体用化学薬品の調合装置。

##### 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、ウェハー処理プロセスに用いられる半導体用化学薬品を調合する調合装置に関する。

〔従来技術〕

一般に、半導体デバイスの製造に際しては、デ

バイスのベースとなるシリコン等のウェハーの表面の洗浄、エッチングやホトリソグラフィ等を行なう必要があり、それらの処理には夫々目的に応じた化学薬品が使用される。

ところで、このような化学薬品は、通常作業によって調合するようにしているが、その場合は処理の直前に調合することが難しいため、化学薬品の貯蔵中に反応等によって成分変化が生じるといふ問題がある。

又、化学薬品の調合に用いられる原液は、主としてフッ化水素酸、硫酸、塩酸等の強酸や過酸化水素水、アンモニア等の劇薬であるため、取扱いが危険である上、調合を作業者によって行なうようにすると、最大の汚洗源である作業者から化学薬品にダストが混入する確率が極めて高くなる。良く知られているように、このようなダストの混入は、半導体デバイスの精密化、高集積化にとって大きなネックとなるものである。

又、作業者によって調合を行なう場合は、ダストの混入を防止する必要があるため、化学薬品を

充分に攪拌して均一な組成を得ることが難しい。

#### 〔発明の目的〕

本発明は、上述の問題に鑑みてなされたものであって、半導体材料の処理の直前に自動的に化学薬品を調合しうるようにすることを目的としている。本発明の別の目的は、ダスト等の異物の混入が少なく、組成の均一な化学薬品を提供することである。

#### 〔発明の構成〕

このため、本発明に係る半導体材料の調合装置は、半導体用化学薬品を調合するための複数の原液を貯留する複数の貯留容器と、貯留容器の原液を混合する密閉式の混合容器と、貯留容器の原液を混合容器に供給する供給手段と、混合容器に供給される原液の供給量を計量する計量手段と、混合容器内の液を吸引する吸引手段と液中の異物を除去するフィルタ手段とを含み、上記吸引手段及びフィルタ手段を介して混合容器内の液を循環させる循環路とを備えて構成されたものである。

#### 〔発明の効果〕

2と、硫酸 $H_2SO_4$ を貯留する第3貯留ボックス3と、アンモニアと過酸化水素水と純水とから第1の洗浄用化学薬品を調合する第1調合ボックス4と、硫酸と過酸化水素水とから第2の洗浄用化学薬品を調合する第2調合ボックス5とを連設して構成されている。

第4図に示す如く、第1貯留ボックス1内には、アンモニアを貯留する固定式の第1貯留容器7と、該第1貯留容器7にアンモニアを補充する移動可能な第1補充容器8等が収納されており、該第1補充容器8は第1貯留ボックス1外へ搬出されうようになっている。第2、第3貯留ボックス2、3も同様に構成されている。

又、第5図に示す如く、第1調合ボックス4内には、第1の洗浄用化学薬品が調製される第1の混合容器10と、該第1混合容器10が設置される台秤11(自動平衡形電子天秤又はロードセル形天秤等)と、第1の洗浄用化学薬品を濾過する流体フィルタ12等が収納されている。第2調合ボックス5も同様に構成されている。

本発明によると、半導体用化学薬品の調合が自動化されるので、処理の直前に迅速に化学薬品を調合して化学薬品の成分変化を防止することができると共に、作業者の危険を回避することができる。

又、調合を自動化すると共に、調合に密閉式の混合容器を使用したので、化学薬品へのダスト等の異物の混入が防止されると共に、原液に混入している異物も、上記循環路内で循環されるうちにフィルタ手段によって除去されるので、不純物の少ない化学薬品を提供することができる。

更に又、調合された化学薬品を循環路内で循環させることにより、化学薬品を攪拌し、化学薬品の組成を十分に均一化させることができる。

#### 〔実施例〕

以下、添付図面に基づいて実施例を説明する。

第3図には半導体材料の洗浄用の化学薬品の調合装置が示されており、該調合装置6は、アンモニア $NH_3$ を貯留する第1貯留ボックス1と、過酸化水素水 $H_2O_2$ を貯留する第2貯留ボックス

以下、本調合装置の構成をより具体的に説明する。

第1図に示すように、上記第1補充容器8と第1貯留容器7は共に密閉式であり、第1貯留容器7内のアンモニアの液面レベルが、常に予め設定された上限レベル $L_1$ と下限レベル $L_2$ との間に位置するように、第1補充容器8から開閉弁13が介設された送液配管14を通して送液ポンプ15により第1貯留容器7にアンモニアが供給されるようになっている。第1貯留容器7には、上述の上限レベル $L_1$ と下限レベル $L_2$ とを検出するレベル検出器16、17が設けられると共に、送液配管14にはアンモニアの流通状況を検出する液体検出器18が臨設されている。第1補充容器8から第1貯留容器7にアンモニアが供給される際には、第1補充容器8内が負圧となるため、図示しない通気フィルタが設けられた給気管19から第1補充容器8内に清浄な空気が給気される一方、給気用開閉弁20を閉じて排気用開閉弁21を開くことにより、第1貯留容器7内のガスが前記

第1～第3貯留ボックス1～3に夫々収容されている第1～第3の貯留容器7, 22, 23に共通の排気管24を通して排出されるようになっている。このように、第1貯留容器7及び第1補充容器8を密閉式とすることにより、アンモニア内へのダストの混入を最小限に抑えることができる。又、上記排気管24にはガスフィルタ25が介設され、このガスフィルタ25によって排ガス中の液、蒸気が除去されるようになっている。

上記第1貯留容器7の出口管26は、管継手27を介して開閉弁28を有する送液配管30に接続され、送液配管30は、第2図に示す如く、固定フレームF、F間に横架されたバーBによって支持される管継手31を介し螺旋管32に接続されて、送液配管30及び螺旋管32の重量が台秤11に作用しないように構成されている。上記螺旋管32はテフロン等の伸縮可能な樹脂からなり、この螺旋管32はパッキン29を介して本体に装嵌された密閉式の第1混合容器10の蓋体33に固定される管継手34を介して入口管35に接続さ

れ、第1貯留容器7からのアンモニアの供給等に伴う台秤11上での第1混合容器10の上下変位が上記螺旋管32の伸縮によって吸収されるようになっている。

そして給気用開閉弁20(第1図)を開くと共に排気用開閉弁21を閉じ、圧送用ガス供給口36と圧力計37, 38とリリーフ弁40, 41と開閉弁42, 43とガスフィルタ44等を備えた高压ガス(窒素ガス等)による圧送系Pのガス配管45から第1貯留容器7に高压ガスを送給することにより、第1貯留容器7内のアンモニアを第1混合容器10に供給することができる。第1混合容器10へのアンモニアの供給量は、供給前と供給後の第1混合容器10の重量変化量として台秤11によって計量され、アンモニアの供給量が目標値に達した時点で開閉弁28を閉じることにより、供給が停止される。このように、供給量を重量によって計量するようにすれば、供給量を無段階的に調節することができ、しかもアンモニアの液温(粘度)等に影響されず、常に正確な計量が行なえ

る。

なお、入口管35の下端35aは、該下端35aが第1混合容器10内の液に常時浸漬されるように、台秤11の出力信号、つまり第1混合容器10の重量によって検出される第1混合容器10内の液の下限レベルしより下方に位置している。それにより、開閉弁28を閉じると即座にアンモニアの供給が停止されると共に、入口管35の下端35aから第1混合容器10内へのアンモニアの噴出によって台秤11に作用する動圧(正荷重)と、アンモニアの噴出に伴って台秤11に作用する入口管35の反力(負荷重)とが常時相殺されてアンモニアの供給量が一層正確に計量できる。

上記第2貯留容器22には、第2補充容器46から開閉弁47を有する送液配管48を通して送液ポンプ50により過酸化水素水が補充されるようになっている。そして圧送系Pから第2貯留容器22に高压ガスを送給することにより、第2貯留容器22から送液配管51の、開閉弁52を有する側の分岐管51a、螺旋管53及び入口管5

4を通して過酸化水素水が供給される。又、上記第1混合容器10には、純水供給口55から流量制御弁56を有する純水配管57の、開閉弁58が介設された分岐管57a、螺旋管60及び入口管61を通して純水が供給される。このように、第1混合容器10にアンモニアと過酸化水素水と純水とが順次供給され、夫々の供給量が台秤11によって計量されて所定の混合比で混合される。

第1混合容器10の出口管62は、螺旋管63、調合装置6内の第1吐出配管64、管継手65及び調合装置6外の第2吐出配管66を介して内槽67と外槽68からなる2重構造の処理槽70に連通されている。上記螺旋管63と、第1吐出配管64と、該第1吐出配管64に接続される復流配管71と、該復流配管71に接続される螺旋管72とは、第1混合容器10内の液を吸引する循環・吐出ポンプ73と、前記流体フィルタ12と、熱交換器74とを含む循環路75を形成している。そしてアンモニアと過酸化水素水と純水との混合後に、入口弁76及び循環用開閉弁77を開くと

共に吐出用開閉弁78を閉じ、循環・吐出ポンプ73で第1混合容器10内の混合液を吸引して循環路75中を循環させることにより、上記混合液を攪拌して均一な組成の第1の洗浄用化学薬品を調製することができる。又、循環中に流体フィルタ12により混合液中の異物を除去すると共に、熱交換器74によって混合液の液温を調整することができる。

循環路75内での循環によって均一な組成の第1の洗浄用化学薬品が調製された後に、循環用開閉弁77を閉じて吐出用開閉弁78を開くことにより、第1混合容器10内の第1の洗浄用化学薬品を第1及び第2吐出配管64、66を通して処理槽70に供給し、内槽67内でシリコン等のウェハーを洗浄することができる。このように、本実施例では、単一のポンプ73により、混合液の循環と吐出が行なえる。なお、第1混合容器10から処理槽70への第1の洗浄用化学薬品の供給量は、台秤11によって計量される。

第1混合容器10の底部、逆流配管71、洗浄

槽70の内槽67及び外槽68からは夫々ドレン管80～83が引き出されている。84は第1混合容器10への液の給排に際して第1混合容器10に給気又は排気するための、図示しない通気フィルタが設けられた給排気管である。

前記第3貯留容器23には、第3補充容器85から送液ポンプ86により硫酸が補充されるようになっている。そして前記第2調合ボックス5に収容されている第2混合容器87には、第2貯留容器22から高圧ガスを駆動源として送液配管51の、開閉弁88を有する側の分岐管51b及び螺旋管、入口管を介して過酸化水素水が供給されると共に、第3貯留容器23から開閉弁90を有する送液配管91を介して硫酸が供給され、夫々の供給量が台秤92により計量されて所定の混合比で混合される。この混合液は循環・吐出ポンプ93、流体フィルタ94及び熱交換器95を含む循環路96内で循環されて攪拌、濾過及び調温を施され、このようにして調製された第2の洗浄用化学薬品が吐出配管97を介して処理槽98に吐出

される。なお、第2混合容器87には、純水配管57の、開閉弁99が設けられた分岐管57bを介して純水が供給されうようになっている。

次に、第6図に基づいて第2実施例を説明する。

この第2実施例は、フッ化水素酸等の腐食性の高い原液を流量によって計量する場合に、汎用の流量計を使用して計量できるように工夫したものである。

すなわち、第2実施例による調合装置は、フッ化水素酸等の原液を貯留容器7から混合容器10に供給すると共に、腐食性の低い計量液(水、油等)を後述の循環路172内で原液の流量に対し一定の流量比で反時計回りに循環させるベローズポンプ163を設け、汎用の流量計174で計量液の流量を計量することにより、原液の流量を求めるようにしたものである。

上記ベローズポンプ163は、本体164の両側に固定した第1、第2シリンダ165、166内に第1、第2ベローズ167、168を収容し、両ベローズ167、168の底部を連結シャフト

170で連結してなり、空気配管160から開閉弁161、絞り弁162を介して供給される圧縮空気を第1、第2ベローズ167、168内に交互に供給することにより、両ベローズ167、168を交互に膨張及び収縮させるように構成されている。そして第1シリンダ165は、上記計量液が貯留された貯留容器171を含む循環路172内に位置する一方、第2シリンダ166は第1貯留容器7と第1混合容器10を連絡する送液配管173の途中に位置している。

上記ベローズポンプ163においては、連結シャフト170が右行する際に第1シリンダ165内に計量液が吸入されると共に、第2シリンダ166内の原液が第1混合容器10側へ送出されるので、連結シャフト170の1回の右行行程中の両シリンダ165、166の内容積の変化量の比を予め求めておけば、流量計174で第1シリンダ165への計量液の吸入量を検出することにより、第1混合容器10への原液の供給量を知ることができる。このようにすれば、汎用の流量計等安価で

高精度の計量装置を用いて、フッ化水素酸等の腐食性の高い原液の計量が可能になる。

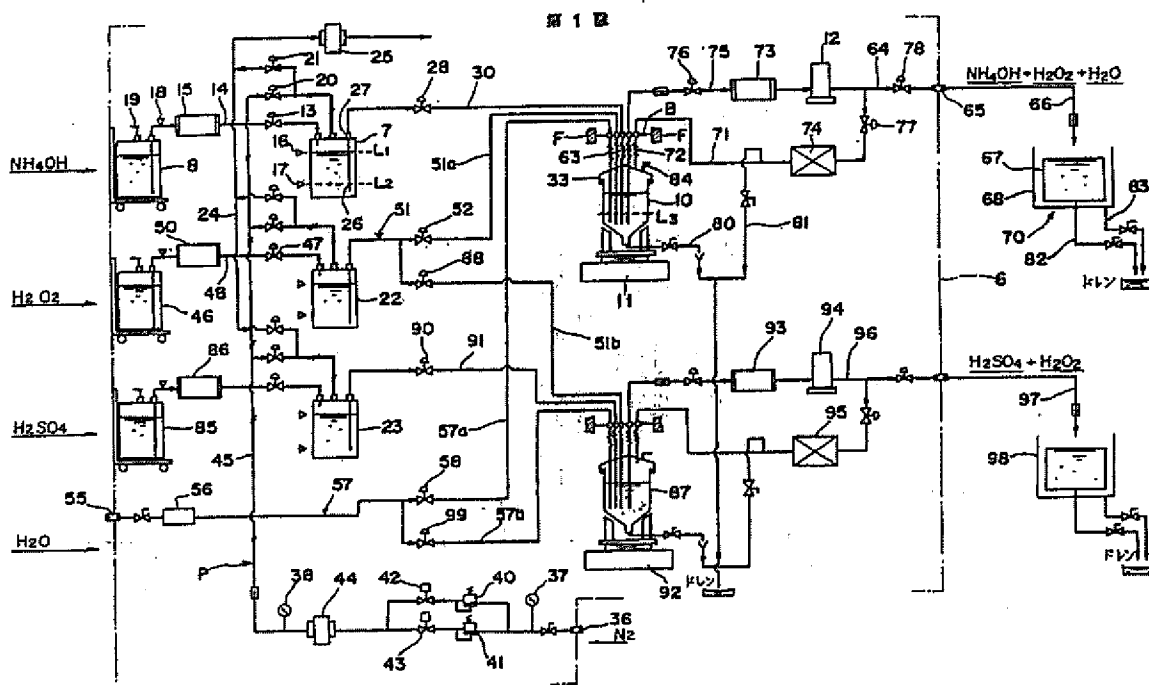
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を適用した半導体材料の洗浄用化学薬品の調合装置の展開説明図、第2図は第1図の部分拡大図、第3図は第1図の調合装置の斜視図、第4図は第3図中A-A線に沿う内部機構を一部省略した断面略図、第5図は第3図中B-B線に沿う内部機構を一部省略した断面略図、第6図は別の実施例の部分説明図である。

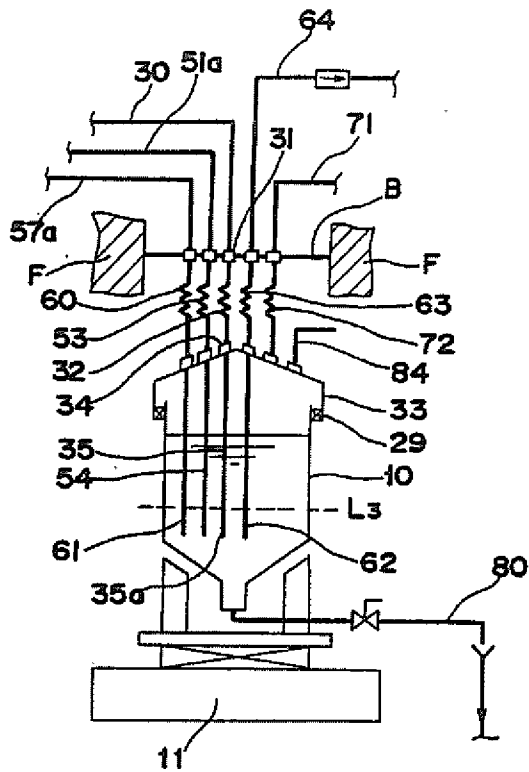
7, 22, 23…貯留容器、 10, 87…混合容器、 11, 92…台秤(計量手段)、 12, 94…流体フィルタ(フィルタ手段)、 73, 93…循環・吐出ポンプ(吸引手段)、 75, 96…循環路、 P…圧送系(供給手段)。

特許出願人 倉敷紡績株式会社

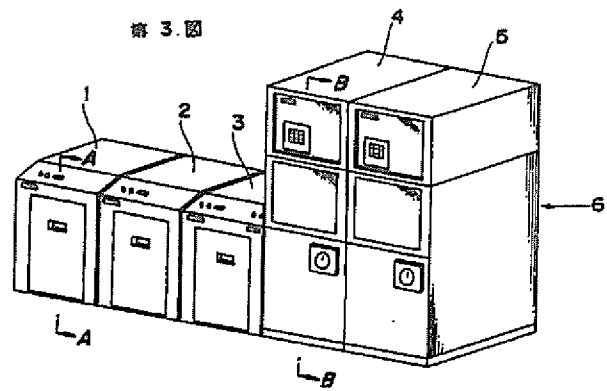
代理人 井理士 青山 孫ほか2名



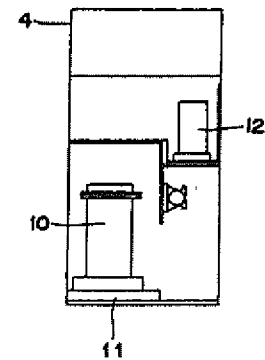
第 2 図



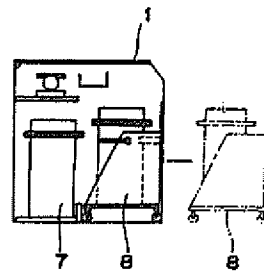
第 3 図



第 5 図



第 4 図



第 6 図

